

**MACHINE-ASSISTED TRANSLATION (MAT):****(19)【発行国】**

日本国特許庁 (JP)

(19)[ISSUING COUNTRY]

Japan Patent Office (JP)

(12)【公報種別】

公開特許公報 (A)

(12)[GAZETTE CATEGORY]

Laid-open Kokai Patent (A)

(11)【公開番号】

特開平 7-54132

(11)[KOKAI NUMBER]Unexamined Japanese Patent Heisei
7-54132**(43)【公開日】**

平成7年(1995)2月28日

(43)[DATE OF FIRST PUBLICATION]

February 28, Heisei 7 (1995. 2.28)

(54)【発明の名称】ITO焼結体及びスパッタリングターゲット
ット**(54)[TITLE OF THE INVENTION]**An ITO sintered compact and sputtering
target**(51)【国際特許分類第6版】**C23C 14/34
9046-4K**(51)[IPC INT. CL. 6]**

A C23C 14/34 A 9046-4K

【審査請求】 未請求**[REQUEST FOR EXAMINATION]** No**【請求項の数】** 2**[NUMBER OF CLAIMS]** 2**【出願形態】** OL**[FORM OF APPLICATION]** Electronic**【全頁数】** 6**[NUMBER OF PAGES]** 6**(21)【出願番号】**

特願平 5-199388

(21)[APPLICATION NUMBER]Japanese Patent Application Heisei
5-199388

BEST AVAILABLE COPY

(22)【出願日】

平成5年(1993)8月11日

(22)[DATE OF FILING]

August 11, Heisei 5 (1993. 8.11)

(71)【出願人】

(71)[PATENTEE/ASSIGNEE]

【識別番号】

000003300

[ID CODE]

000003300

【氏名又は名称】

東ソー株式会社

[NAME OR APPELLATION]

TOSOH KK

【住所又は居所】

山口県新南陽市開成町4560番地

[ADDRESS OR DOMICILE]

(72)【発明者】

(72)[INVENTOR]

【氏名】

小川 展弘

[NAME OR APPELLATION]

Ogawa, Nobuhiro

【住所又は居所】

山口県徳山市遠石三丁目10番1号

[ADDRESS OR DOMICILE]

(72)【発明者】

(72)[INVENTOR]

【氏名】

山本 和明

[NAME OR APPELLATION]

Yamamoto, Kazuaki

【住所又は居所】

山口県徳山市下上2140番地の8

[ADDRESS OR DOMICILE]

(72)【発明者】

(72)[INVENTOR]

【氏名】

隈 公貴

[NAME OR APPELLATION]

Kuma, Kimitaka

【住所又は居所】

山口県新南陽市宮の前二丁目6番1
0号

[ADDRESS OR DOMICILE]

(72)【発明者】

【氏名】

毛利 隆

(72)[INVENTOR]

[NAME OR APPELLATION]

Mori, Takashi

【住所又は居所】

山口県光市虹が浜二丁目9番27号

[ADDRESS OR DOMICILE]

(57)【要約】

【目的】

【構成】

亜鉛、銅、アンチモン、チタン、ツリウム、リチウム、マグネシウムの1種以上の元素を5～5000ppm含有する、密度90%～100%のITO焼結体。

(57)[ABSTRACT OF THE DISCLOSURE]

[PURPOSE]

[CONSTITUTION]

The ITO sintered compact of density 90% - 100% containing 5 to 5000 ppm of one or more type of elements of zinc, copper, antimony, titanium, thulium, lithium, and magnesium.

【効果】

このITO焼結体からなるスパッタリングターゲットは、高温基板においても低温基板においても極めて低抵抗で高透明な透明導電膜を与え、なおかつその成膜速度が速く、ターゲット表面の粒状生成物もなく、ターゲットの割れ、ターゲットからの破損粒子の飛散りもなく、極めて生産性に優れている。

[ADVANTAGE]

The sputtering target which consists of this ITO sintered compact is also set to a high temperature substrate, or also in a low-temperature substrate, a very low resistant and highly transparent electrically conductive film is given, and the film-forming rate is quick, there is also no granular product of a target surface, there is no crack of target nor scattering of the damage particle from a target, either, and it is extremely excellent in productivity.

【特許請求の範囲】

[CLAIMS]

【請求項1】

酸化インジウムおよび酸化錫からなるITO焼結体において、亜鉛、銅、アンチモン、チタン、ツリウム、リチウム、マグネシウムから選ばれた1種以上の元素を含有することを特徴とする密度90%～100%のITO焼結体。

[CLAIM 1]

A ITO sintered compact of density 90% - 100%, in which in the ITO sintered compact which consists of indium oxide and a tin oxide, one or more type of element selected from zinc, copper, antimony, titanium, thulium, lithium, and magnesium is contained.

【請求項2】

請求項1項の記載のITO焼結体からなるスパッタリングターゲット。

[CLAIM 2]

The sputtering target which consists of an ITO sintered compact of description of Claim 1.

【発明の詳細な説明】

[DETAILED DESCRIPTION OF THE INVENTION]

【0001】

[0001]

【産業上の利用分野】

本発明は、スパッタリングターゲットとして優れたITO焼結体に関するものである。

[INDUSTRIAL APPLICATION]

This invention is related to the ITO sintered compact which was excellent as sputtering target.

【0002】

[0002]

【従来の技術】

液晶を中心とする表示デバイスの発展に伴い、透明導電膜の需要が増加しているなか、透明導電膜は低抵抗、高透明性という点でITO（酸化インジウム、酸化錫）膜が広く用いられている。ITO透明導電膜の形成方法としては操作性の簡便さという点から

[PRIOR ART]

Accompanying development of the display device which centers on a liquid crystal, while the demand of a transparent electrically conductive film is increasing, the ITO (indium-oxide, tin oxide) film is widely used at the point of low resistant and highly transparent property in a transparent

スパッタリング法が一般的であり、ITO焼結体からなるターゲットを用いたスパッタリング法が広く適用されている。特に最近では液晶のカラー化、素子の微細化、アクティブマトリックス方式の採用に伴い、高性能なITO透明導電膜が要求されている。

electrically conductive film. As a formation method of an ITO transparent electrically conductive film, the point of the simplicity of operativity to the sputtering method is common. The sputtering method using the target which consists of an ITO sintered compact is applied widely. Recently it in particular accompanies the coloration of a liquid crystal, miniaturization of an element, and adoption of an active matrix system, and the highly efficient ITO transparent electrically conductive film is required.

[0003]

通常、ITO焼結体は、酸化インジウム粉末と酸化錫粉末の混合粉末(ITO粉末)を加圧成型後、焼結して製造されている。

[0003]

Usually, an ITO sintered compact is sintered after press-molding the mixed powder (ITO powder) of an indium-oxide powder and tin-oxide powder, and is manufactured.

[0004]

ITO焼結体の原料として用いる酸化インジウム粉末または酸化錫粉末の調製は、各々の金属水酸化物、有機金属塩、無機金属塩やゾル、ゲル等を熱分解したり、また、直接ITO粉末を調製する方法としては、インジウムと錫との均一混合溶液に沈殿形成剤を添加して共沈させた生成物(例えば、特開昭62-7627、特開昭60-186416号公報等)や加水分解により生成した生成物(例えば、特開昭58-36925号公報等)を加熱分解して製造する方法等が知られている。

[0004]

Preparation of the indium-oxide powder or tin-oxide powder used as a raw material of an ITO sintered compact thermally decomposes each metal hydroxide, an organometallic salt, an inorganic metal salt, sol, a gel, etc., moreover, the method of carrying out the heating decomposition of the product (for example, Unexamined Japanese Patent No. 62-7627, 60-186416 etc.) which adds and carried out the co-precipitation of the precipitate formation agent to the homogeneous mixing solution of an indium and a tin as a method of preparing a direct ITO powder, or the products (for example, Unexamined Japanese Patent No. 58-36925 etc.) produced by hydrolysis, and

manufacturing them etc. is learned.

【0005】

しかし、このような方法で得られた原料粉末から得られた焼結体の密度は、いまだ十分な密度を有することができず、ITO焼結体(酸化錫10%含有)の理論密度である $7.15\text{g}/\text{cm}^3$ の65%程度のもの($\sim 4.65\text{g}/\text{cm}^3$)であった。このような密度の低いITO焼結体は、導電性が悪く、熱伝導性、抗折力が低いため、これをスパッタリングターゲットとして使用した場合、導電性、光透過性に優れた高性能なITO膜の成膜が極めて困難であったばかりか、ターゲット表面の還元によるノジュールの発生、成膜速度が遅い等スパッタ操作性が悪いという問題点を有していた。

【0005】

However, the density of the sintered compact obtained from the precursor powder obtained by such a method becomes like this. It cannot have still sufficient density, about 65% of thing of 7.15 g /cm^3 which is the theoretical density of an ITO sintered compact (10-% containing of tin oxides), ($\sim 4.65\text{ g /cm}^3$) It is thus. Since the ITO sintered compact with such a low density has bad electroconductivity and thermal conductivity and its bending force resistance are low, when this is used as sputtering target, the film-forming of a highly efficient ITO film excellent in electroconductivity and a light transmittance was not only very difficult, but generation of the nodule by reduction of a target surface and film-forming rate are slow, and it had the problem that sputter operativity, such as these, was bad.

【0006】

このような問題を解決するために、高密度なITO焼結体を得る方法が種々検討され、その一例として、ITO焼結体に焼結助剤としてSi、Ge等を添加する方法が提案されている(例えば、特開昭61-136954号公報)。

【0006】

In order to solve such a problem, the method of obtaining a high-density ITO sintered compact is examined variously, as the example, the method of adding Si, Ge, etc. to an ITO sintered compact as a sintering auxiliary agent is proposed (for example, Unexamined Japanese Patent No. 61-136954).

【0007】

しかしながら、高密度な焼結体を得るためには、Si、Ge等の添加量を多く

【0007】

However, in order to obtain a high-density sintered compact, it is necessary to increase

する必要があり、また、このような焼結体からなるスパッタリングターゲットから得られた透明導電膜中には、Si、Geが混入し、低抵抗な膜を得ることが難しかった。

the additional amount of Si, Ge, etc. Moreover, Si and Ge mix into the transparent electrically conductive film obtained from the sputtering target which consists of such a sintered compact, it was difficult to obtain a low resistant film.

[0008]

【発明が解決しようとする課題】
したがって、導電性、光透過性に優れたITO膜を与えることができ、ターゲット表面の還元によるノジュールの発生や、ターゲットの割れ、ターゲットからの破損微粒物の飛散りの問題がないITO焼結体が望まれていた。

[0008]

[PROBLEM TO BE SOLVED BY THE INVENTION]

Therefore, generation of the nodule can give the ITO film excellent in electroconductivity and a light transmittance, and according to a reduction of a target surface and the crack of a target, an ITO sintered compact without the problem of the scattering of the damage granule thing from a target was desired.

[0009]

【課題を解決するための手段】
本発明者らは、上記のような現状に鑑み鋭意検討を重ねた結果、酸化インジウムおよび酸化錫からなる焼結体において、亜鉛、銅、アンチモン、チタン、ツリウム、リチウム、マグネシウムから選ばれた1種以上の元素を含む焼結体が高い焼結密度が達成できることを見出し、本発明を完成するに至った。

[0009]

[MEANS TO SOLVE THE PROBLEM]

The present inventors accumulated earnestly examination in view of the above present condition. As a result, in the sintered compact which consists of indium oxide and a tin oxide, zinc, copper, antimony, titanium, thulium, lithium, and the sintered compact containing one or more type of element selected from magnesium discover that a high sintered density can be achieved, it came to perfect this invention.

[0010]

以下、本発明を詳細に説明する。

[0010]

Hereafter, this invention is demonstrated in detail.

[0011]

本発明のITO焼結体は、亜鉛、銅、アンチモン、チタン、ツリウム、リチウム、マグネシウムから選ばれた1種以上の元素を含有する。これらの元素の含有量としては、焼結体全量に対して総含有量が5～5000ppm、好ましくは10～500ppm、特に好ましくは、20～200ppmである。添加量が5ppm未満ではその効果が不十分であり、一方、5000ppmをこえて加えてもその焼結密度向上の効果が飽和し、経済的ではない。

[0011]

The ITO sintered compact of this invention contains one or more type of element selected from zinc, copper, antimony, titanium, thulium, lithium, and magnesium. As content of these elements, it is total content of 5 to 5000 ppm with respect to the sintered-compact whole quantity, preferably it is 10 to 500 ppm, most preferably, it is 20 to 200 ppm. The effect is inadequate if an additional amount is less than 5 ppm. On the other hand, even if it adds more than 5000 ppm, the effect of the sintered-density improvement is saturated, it is not economical.

[0012]

本発明におけるITO焼結体中の錫の含有量は、酸化錫換算で1～20重量%、特に好ましくは2～15重量%である。

[0012]

Content of the tin in the ITO sintered compact in this invention is tin-oxide conversion, and is 1 to 20 weight%, most preferably, it is 2 to 15 weight%.

[0013]

本発明のITO焼結体の密度は真密度の90%～100%、このITO焼結体をスパッタリングターゲットとして用いて得られた膜の比抵抗は、 $1 \times 10^{-3} \Omega \text{cm}$ 以下、特に $5 \times 10^{-5} \sim 7 \times 10^{-4} \Omega \text{cm}$ となる。このような低抵抗な膜が得られるのは、焼結体の抵抗が低いため、消費電力が少なく、低い電圧で放電が可能となり、プラズマ中で発生する負イオンによる膜へのダメージが少なくなるからである。

[0013]

The specific resistance of the film obtained by the density of the ITO sintered compact of this invention using 90% - 100% of a true density and this ITO sintered compact as sputtering target is $1 \times 10^{-3} (\text{OMEGA}) \text{cm}$ or less, in particular, it is set to $5 \times 10^{-5} \sim 7 \times 10^{-4} (\text{OMEGA}) \text{cm}$. Since such a low resistant film is obtained has the low resistance of a sintered compact, there is little power consumption and discharge of it is attained with a low voltage, it is because the damage to the film by the negative ion generated in a

plasma decreases.

[0014]

また本発明のITO焼結体は焼結粒径が1~20 μm であり、特に2~20 μm である。従来のITO焼結体の焼結粒径は、ホットプレスでは1 μm 未満、酸素中加圧高温焼結では30 μm 以上である。焼結粒径が1 μm 未満の小さい焼結体では成膜速度が遅く、焼結体強度が弱いため、スパッタ中に割れたり、焼結体が欠けたりして粒状物が膜に飛散するという問題を有している。一方、焼結粒径が20 μm をこえる焼結体は耐衝撃性が小さいため割れ易く、さらに熱膨張係数が大きいため、スパッタ中にボンディング面からはく離したり、割れたりしやすい。次に、本発明の焼結体の製造方法に関し、その一例を例示する。

[0014]

Moreover, the sintering particle size of the ITO sintered compact of this invention is 1 to 20 micrometer. In particular, it is 2 to 20 micrometer. The sintering particle size of the conventional ITO sintered compact is 30 micrometer or more in pressurization high temperature sintering among less than 1 micrometer and oxygen by hot press. Since film-forming rate has an slow sintering particle size in a less than 1 micrometer small sintered compact and sintered-compact strength is weak, it cracks during sputter. It has the problem that a sintered compact is missing and a particulate material scatters on a film. On the other hand, since the sintered compact with which a sintering particle size exceeds 20 micrometer has the small impact strength, it is easy to crack, since the thermal expansion coefficient is further large, it peels from a bonding surface during sputter, it is easy to crack. Next, it relates to the manufacturing method of the sintered compact of this invention, the example is illustrated.

[0015]

本発明のITO焼結体は、酸化インジウム、酸化錫と、亜鉛、銅、アンチモン、チタン、ツリウム、リチウム、マグネシウムから選ばれた1種以上の元素の化合物、例えば酸化物、塩等を混合、成型、焼結することによって製造することができる。酸化インジウム、酸

[0015]

The ITO sintered compact of this invention can be manufactured by mixing, molding and sintering indium oxide, tin oxide, zinc and copper, antimony, titanium, thulium, lithium and the compound of one or more type of element selected from magnesium, for example, an oxide, a salt, etc. What is

化錫および上記の元素を含有する化合物の混合方法は、特に限定しないが、例えば酸化インジウム、酸化錫と該化合物とを混合後、熱処理すればよい。なお、本発明は、酸化インジウムおよび／または酸化錫中に亜鉛、銅、アンチモン、チタン、ツリウム、リチウム、マグネシウムから選ばれた1種以上の元素を不純物として含有している場合を除くものではない。

【0016】

他の方法として、インジウムおよび／または錫と該化合物との前駆体を共沈法等によって得た後、熱処理する方法を例示することができる。

【0017】

酸化インジウム、酸化錫と亜鉛、銅、アンチモン、チタン、ツリウム、リチウム、マグネシウムから選ばれた1種以上の元素とは混合状態でも、結合状態でもよいが、特に亜鉛、銅、アンチモンは、酸化錫と結合状態であることが好ましく、また、チタン、ツリウム、リチウム、マグネシウムは、酸化インジウムと結合状態であることが好ましい。結合状態とは、例えば固溶状態等が例示でき、例えば酸化インジウムおよび／または酸化錫とこれら元素の化合物を600℃～1800℃で熱処理することにより達成される。

sufficient is just to heat-process the mixing method of the compound containing indium oxide, a tin oxide, and said element after mixing indium oxide, tin oxide, and this compound, for example, although it does not specifically limit. In addition, this invention does not exclude the case where one or more type of element selected from zinc, copper, antimony, titanium, thulium, lithium, and magnesium is contained as an impurity in indium oxide and/or tin oxide.

【0016】

As another method, after obtaining the precursor of indium and/or tin, and this compound with a co-precipitation method etc., the method of heat-processing can be illustrated.

【0017】

Indium oxide, a tin oxide, and one or more type of element selected from zinc, copper, antimony, titanium, thulium, lithium, and magnesium are also at a mixed state, although it is good also at a combined state, it is preferable that in particular zinc, copper, and antimony are a tin oxide and a combined state, moreover, it is preferable that titanium, thulium, lithium, and magnesium are indium oxide and a combined state. It is achieved by being able to illustrate a solid-solution state etc., for example, for example, heat-processing the compound of indium oxide and/or tin oxide, and these elements at 600 degree C-1800 degree C with a combined state.

[0018]

即ち、本発明では、亜鉛、銅、アンチモンは酸化錫に固溶させた後、酸化インジウムと混合し、ITOとすることが好ましく、チタン、ツリウム、リチウム、マグネシウムは酸化インジウムに固溶させた後、酸化錫と混合し、ITOとすることが好ましい。

[0018]

That is, in this invention, after zinc, copper, and antimony make it form a solid solution in a tin oxide, they are mixed with indium oxide, being referred to as ITO is preferable, and after titanium, thulium, lithium, and magnesium make it form a solid solution in indium oxide, they are mixed with a tin oxide, being referred to as ITO is preferable.

[0019]

酸化インジウム、酸化錫に対するこれら元素の固溶量は、最終的に得られるITO焼結体中の含有量が5～5000ppmになるよう調整する。

[0019]

The solid-solution amount of these elements with respect to indium oxide and a tin oxide is adjusted so that it may be set to content 5-5000 ppm in the ITO sintered compact finally obtained.

[0020]

用いる酸化インジウムは特に限定されないが、焼結性に優れた微細で均一な酸化インジウムであることが好ましい。例えば酸化インジウム粉末のBET表面積は $10\text{m}^2/\text{g}$ 以上であることが好ましい。

[0020]

Although the indium oxide to be used is not specifically limited, it is preferable that it is the fine and uniform indium oxide excellent in sinterability. For example, it is preferable that the BET surface area of an indium-oxide powder is more than $10\text{m}^2/\text{g}$.

[0021]

一方、用いる酸化錫は表面積が小さいことが好ましく、BET表面積が $3\text{m}^2/\text{g}$ 以下、特に $1\text{m}^2/\text{g}$ 以下であることが好ましい。

[0021]

On the other hand, it is preferable that a surface area is small and the BET surface area of the tin oxide to be used is below $3\text{m}^2/\text{g}$, in particular, it is preferable that it is below $1\text{m}^2/\text{g}$.

[0022]

酸化インジウム粉末、酸化錫粉末および亜鉛、銅、アンチモン、チタン、

[0022]

The mixing method of the compound which consists of a one or more type of element

ツリウム、リチウム、マグネシウムから選ばれた1種以上の元素からなる化合物の混合方法は特に限定されず、ジルコニア、ウレタン樹脂等のボールを用いたボールミル、振動ミル、或いはV型ブレンダー、らいかい機等の湿式或いは乾式の混合方法が例示される。

[0023]

次に粉末を成型するが、成型方法は、目的とした形状に合った成型方法を選べばよく、金型成型法、鋳込み成型法等が挙げられるが特に限定されない。

[0024]

焼結体の高密度化のために、成型体は冷間静水圧プレスにて加圧処理することが好ましい。その時の圧力は3～5t/cm²程度でよく、必要に応じて処理を2～5回繰り返してもよい。

[0025]

得られた成型体は1250～1600℃、特に好ましくは1350～1500℃の温度で焼結する。焼結温度が1250℃未満の場合、密度が90%未満のITO焼結体を得られたり、また、焼結温度が1600℃を越える場合、焼結体粒子の異常な成長が生じることがある。焼結時間は数時間～数十時間、特に10時間から30時間で十分である。焼結雰囲気は特に限定されず、

selected from an indium-oxide powder, tin-oxide powder and zinc, copper, antimony, titanium, thulium, lithium, and magnesium is not specifically limited, but wet type or dry-type mixing methods, such as a ball mill using ball, such as a zirconia and a urethane resin, a vibration mill or a V-type blender, and a chaster mill, are illustrated.

[0023]

Next, a powder is molded. However, the molding method should just choose the molding method suitable for the target shape, it does not specifically limit, although the metallic-mold molding method, the casting molding method, etc. are mentioned.

[0024]

It is preferable that a molding carries out pressurization processing in a cold isostatic press for the high-densification of a sintered compact. The pressure at that time is good at a 3-5t/cm² grade. It is sufficient to repeat processing 2 to 5 times as required.

[0025]

The obtained molding is 1250 - 1600 degrees C, most preferably, it sinters at the temperature of 1350 - 1500 degrees C. When sintering temperature is 1250 degrees C or less, the ITO sintered compact whose density is 90 % less is obtained. Moreover, when sintering temperature exceeds 1600 degrees C, the unusual growth of sintered-compact particle may arise. Sintering time is from several hours to

大気中、酸素中、不活性ガス中等で行えばよい。

several dozens of hours, it is enough in particular 10 to 30 hours. What is necessary is not to specifically limit a sintered atmosphere but just to perform it in air, oxygen, and an inert gas etc.

[0026]**【発明の効果】**

以上の説明から明らかなように、本発明の亜鉛、銅、アンチモン、チタン、トリウム、リチウム、マグネシウムから選ばれた1種以上の元素を含有するITO焼結体からなるスパッタリングターゲットは、加熱された高温基板においても加熱されていない低温基板においても極めて低抵抗で高透明な透明導電膜を与え、なおかつ、その成膜速度が速く、ターゲット表面の粒状生成物もなく、ターゲットの割れ、ターゲットからの破損粒子の飛散りもなく、極めて生産性に優れている。

[0026]**[ADVANTAGE OF THE INVENTION]**

Clearly from the above description, also in the high temperature substrate by which the sputtering target which consists of the zinc of this invention, copper, antimony, titanium, thulium, lithium, and ITO sintered compact containing one or more type of element selected from magnesium was heated, also, in the low-temperature substrate which is not heated, a very low resistant and highly transparent electrically conductive film is given, and the film-forming rate is quick, there is also no granular product of a target surface, there is no crack of target nor scattering of the damage particle from a target, either, and it is extremely excellent in productivity.

[0027]**【実施例】**

以下、実施例により本発明を更に具体的に説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。

[0027]**[EXAMPLES]**

Hereafter, more specifically, an Example demonstrates this invention. This invention is not limited to this.

[0028]**実施例1**

BET表面積 $1\text{m}^2/\text{g}$ の酸化錫と亜

[0028]**Example 1**

The tin oxide of BET surface-area $1\text{m}^2/\text{g}$ and

鉛、銅、アンチモンの各元素の酸化物とをそれぞれ混合後、大気中で加熱し、酸化錫にこれら元素を固溶させた。これら元素を含有した酸化錫と酸化インジウムとをさらに混合し、得られた混合粉末を金型プレスした後、 $3\text{ton}/\text{cm}^2$ で静水圧プレス処理し、酸素中、 1500°C で24時間焼結し、ITO焼結体を得た(酸化インジウム/酸化錫=約90/10(重量比)、焼結粒径= $9\mu\text{m}$)。なお、亜鉛、銅、アンチモンの添加量は、最終生成物であるITO焼結体中の各元素の含有量が50ppm、100ppm、500ppmとなるようにした。これらの焼結体の物性を表1に示す。

the oxide of each element of zinc, copper, and antimony are each heated in air after mixing, it was made to form a solid solution these elements in a tin oxide. The tin oxide and indium oxide containing these elements are further mixed, after carrying out the metallic-mold press of the obtained mixed powder, hydrostatic- pressure press processing is carried out by $3\text{ton}/\text{cm}^2$, it sinters at 1500 degrees C among oxygen for 24 hours, the ITO sintered compact was obtained (indium oxide / tin-oxide = about 90/10 (weight ratio), a sintering particle size = 9 micrometer). In addition, it was made for content of each element in the ITO sintered compact whose additional amount of zinc, copper, and antimony is an end product to be set to 50 ppm, 100 ppm, and 500 ppm. The physical property of these sintered compacts is shown to Table 1.

【0029】

続いて、得られた焼結体をターゲットとして用い、表3に示すスパッタ条件にて、スパッタリング成膜した結果をあわせて表1に示す。

【0029】

Then, in accordance with the result which carried out sputtering film-forming, it shows to Table 1 on the sputter conditions shown in Table 3 using the obtained sintered compact as a target.

【0030】

実施例2

BET表面積 $20\text{m}^2/\text{g}$ の酸化インジウムとチタン、ツリウム、リチウム、マグネシウムの各元素の酸化物とをそれぞれ混合後、大気中で加熱し、酸化インジウムのこれら元素を固溶させた。これら元素を含有した酸化インジ

【0030】

Example 2

The indium oxide of BET surface-area $20\text{m}^2/\text{g}$ and the oxide of each element of titanium, thulium, lithium, and magnesium are each heated in air after mixing, it was made to form a solid solution these elements of indium oxide. The indium oxide and the tin

ウムと酸化錫とをさらに混合し、得られた混合粉末を金型プレスした後、 3 ton/cm^2 で静水圧プレス処理し、酸素中、 1500°C で24時間焼結し、ITO焼結体を得た(酸化インジウム/酸化錫=約90/10(重量比)、焼結粒径= $8\text{ }\mu\text{m}$)。なお、各元素の添加量は、実施例1と同様に設定した。これらの焼結体の物性を表2に示す。

oxide containing these elements are further mixed, after carrying out the metallic-mold press of the obtained mixed powder, hydrostatic-pressure press processing is carried out by 3 ton/cm^2 , it sinters at 1500°C among oxygen for 24 hours, the ITO sintered compact was obtained (indium oxide / tin-oxide = about 90/10 (weight ratio), a sintering particle size = 8 micrometer). In addition, the additional amount of each element was set like Example 1. The physical property of these sintered compacts is shown in Table 2.

[0031]

続いて、得られた焼結体をターゲットとして用い、実施例1と同様のスパッタ条件にて、スパッタリング成膜した結果をあわせて表2に示す。

[0031]

Then, in accordance with the result which carried out sputtering film-forming, it shows in Table 2 on the same sputter conditions as Example 1, using the obtained sintered compact as a target.

[0032]

比較例

BET表面積 $20\text{ m}^2/\text{g}$ の酸化インジウムとBET表面積 $1\text{ m}^2/\text{g}$ の酸化錫とを混合し、得られた混合粉末を金型プレスした後、 3 ton/cm^2 で静水圧プレス処理し、酸素中、 1500°C で24時間焼結し、ITO焼結体を得た(酸化インジウム/酸化錫=約90/10(重量比)、焼結粒径= $7\text{ }\mu\text{m}$)。この物性を表2に示す。

[0032]

Comparative example

The indium oxide of BET surface-area $20\text{ m}^2/\text{g}$ and the tin oxide of BET surface-area $1\text{ m}^2/\text{g}$ are mixed, after carrying out the metallic-mold press of the obtained mixed powder, hydrostatic-pressure press processing is carried out by 3 ton/cm^2 , it sinters at 1500°C among oxygen for 24 hours, the ITO sintered compact was obtained (indium oxide / tin-oxide = about 90/10 (weight ratio), a sintering particle size = 7 micrometer). This physical property is shown in Table 2.

【0033】

続いて、得られた焼結体をターゲットとして用い、実施例1と同様のスパッタ条件にて、スパッタリング成膜した結果をあわせて表2に示す。

【0033】

Then, in accordance with the result which carried out sputtering film-forming, it shows in Table 2 on the same sputter conditions as Example 1, using the obtained sintered compact as a target.

【0034】

【0034】

【表1】

[TABLE 1]

	添加元素	添加量 (ppm)	固溶温度 (℃)	密度 (%)	焼結体比抵抗 ¹⁾	透明導電膜比抵抗 ¹⁾		
						100℃	200℃	300℃
実施例1	Zn	50	1500	94.1	2.5	2.8	2.1	1.5
		100	1500	96.3	2.4	2.9	2.1	1.6
		500	1500	97.2	2.5	2.9	2.2	1.5
	Cu	50	1500	94.4	2.4	2.9	2.2	1.6
		100	1500	96.5	2.8	2.9	2.3	1.7
		500	1500	98.2	2.4	3.0	2.2	1.8
	Sb	50	1500	94.7	2.3	2.7	2.1	1.9
		100	1500	95.8	2.6	2.8	2.2	1.8
		500	1500	95.2	2.5	2.8	2.1	1.8

1) 単位 : $\times 10^{-4} \Omega \text{cm}$

	Alloying element	Additional amount (ppm)	Solid-solution temperature (degree C)	Density (%)	Sintered compact ratio Resistance 1)	Transparent electrically conductive film Specific resistance 1)
Example 1						
1) Unit: $\times 10^{-4} \text{ ohm cm}$						

【0035】

【0035】

【表2】

【TABLE 2】

	添加元素	添加量 (ppm)	固溶温度 (℃)	密度 (%)	焼結体比 抵抗 ¹⁾	透明導電膜比抵抗 ¹⁾			
						100℃	200℃	300℃	
実 施 例	Ti	50	750	94.6	2.8	2.9	2.2	1.7	
		100	750	94.2	2.7	2.8	2.1	1.7	
		500	750	95.9	2.5	2.8	2.4	1.8	
	Tm	50	750	94.8	2.6	2.9	2.1	1.6	
		100	750	95.3	2.7	2.9	2.2	1.7	
		500	750	95.6	2.5	3.1	2.2	1.7	
	Li	50	750	94.8	2.4	2.8	2.3	1.9	
		100	750	96.2	2.5	2.9	2.2	1.7	
		500	750	97.2	2.7	2.8	2.2	1.8	
	2	Mg	50	750	93.8	2.4	2.8	2.3	1.9
			100	750	93.9	2.5	2.7	2.2	1.8
			500	750	94.8	2.8	2.8	2.3	1.7
比較例		—	—	88.0	3.0	3.5	2.4	1.9	

1) 単位 : $\times 10^{-4} \Omega \text{cm}$

	Alloying element	Additional amount (ppm)	Solid-solution temperature (degree C)	Density (%)	Sintered compact ratio Resistance 1)	Transparent electrically conductive film Specific resistance 1)
Example 2						
1) Unit: $\times 10^{-4} \text{ ohm cm}$						

【0036】

[0036]

【表3】

[TABLE 3]

スパッタ方式	DCマグネトロンスパッタ
ターゲット	直径3インチφ
基板	コーニング#7059ガラス
基板温度	100℃, 200℃, 300℃
ターゲット-基板間距離	45 mm
ガス	酸素1%含有アルゴン
ガス圧	0.5 Pa
投入電力	3 W/cm ²
膜厚	3000オングストローム

Sputter system	DC magnetron sputter
Target	Diameter (PHI) of 3 inches Φ
Substrate	Corning #7059 glass
Substrate temperature	100, 200, 300 deg C
Distance between target-substrates	45 mm
Gas	Oxygen containing 1% argon
Gas- pressure	0.5 Pa
Injection electric power	3W/cm ²
Film thickness	3000 Angstrom

THOMSON SCIENTIFIC TERMS AND CONDITIONS

Thomson Scientific Ltd shall not in any circumstances be liable or responsible for the completeness or accuracy of any Thomson Scientific translation and will not be liable for any direct, indirect, consequential or economic loss or loss of profit resulting directly or indirectly from the use of any translation by any customer.

Thomson Scientific Ltd. is part of The Thomson Corporation

Please visit our website:

["www.THOMSONDERWENT.COM"](http://www.THOMSONDERWENT.COM) (English)

["www.thomsonscientific.jp"](http://www.thomsonscientific.jp) (Japanese)

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☒ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.